

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-043112

(43)Date of publication of application : 08.02.2002

(51)Int.Cl.

H01F 1/06

B22F 9/04

H01F 41/02

(21)Application number : 2001-179942

(71)Applicant : AICHI STEEL WORKS LTD

(22)Date of filing : 26.12.1994

(72)Inventor : MOTOKURA YOSHINOBU
MITARAI HIROSHIGE
AMAHIRO GIICHI

(30)Priority

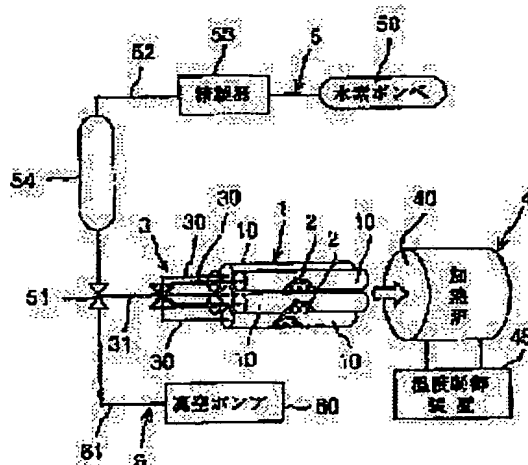
Priority number : 05336064 Priority date : 28.12.1993 Priority country : JP

(54) METHOD OF MANUFACTURING RARE EARTH MAGNET POWDER

(57)Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a rare earth magnet powder manufacturing method which is capable of keeping magnet material uniform in temperature, making it more uniform in magnetic properties.

SOLUTION: Rare earth magnet powder is subjected to a hydrogen treatment in a rare earth magnet powder manufacturing method. The method comprises a first process of dividing rare earth magnet material into parts and filling reaction tubes, held separate from each other with the parts respectively and a second process of enabling the rare earth magnet material filling the reaction tubes to undergo hydrogen treatment.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.06.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 04.02.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2003-03354

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 03.03.2003

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-43112

(P2002-43112A)

(43) 公開日 平成14年2月8日 (2002. 2. 8)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
H 0 1 F 1/06		B 2 2 F 9/04	D 4 K 0 1 7
B 2 2 F 9/04			E 5 E 0 4 0
H 0 1 F 41/02		H 0 1 F 41/02	G 5 E 0 6 2
		1/06	A

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2001-179942(P2001-179942)
(62) 分割の表示 特願平6-337980の分割
(22) 出願日 平成6年12月26日 (1994. 12. 26)
(31) 優先権主張番号 特願平5-336064
(32) 優先日 平成5年12月28日 (1993. 12. 28)
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000116655
愛知製鋼株式会社
愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地
(72) 発明者 本蔵 義信
愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内
(72) 発明者 御手洗 造成
愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内
(72) 発明者 天弘 義一
愛知県東海市荒尾町ワノ割1番地 愛知製
鋼株式会社内

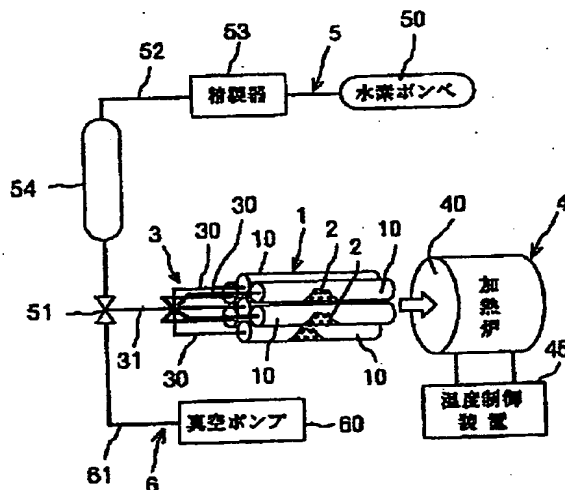
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類系磁石粉末の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 磁石原料の水素処理において磁石原料の温度の均一化を図り得、磁気特性のバラツキ回避に有利な希土類系磁石粉末の製造方法を提供すること。

【解決手段】 希土類系磁石粉末に対して水素処理を行う希土類磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割してお互いに離間して保持する複数の反応管内に充填する工程と、該反応管内の該希土類磁石原料に対して該水素処理を実行する工程とからなる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 希土類系磁石原料に対して水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割してお互いに離間している複数の反応管内に充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含する永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法

【請求項2】 希土類系磁石原料に対して水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割して1個の反応管あたり0.5～5kgとし、該希土類系磁石原料を、お互いに離間している複数の反応管内に充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含する永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法

【請求項3】 希土類系磁石粉末に対して水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割して1個の反応管あたり0.5～5kgとし、対向間隔を所定距離になるように配列された複数の反応管の側面部と、該複数の側面部の一端を相互に連結する底面部とを備えた該反応管内に希土類系磁石原料を充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含する永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法

【請求項4】 希土類系磁石粉末に対して水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割して1個の反応管あたり0.5～5kgとし、対向間隔を所定距離になるように配列された複数の反応管の側面部と、該複数の側面部の一端を相互に連結する底面部と、排気装置に連結時に閉じられる該底面部に対向する該反応管の開口部とを備えた該反応管内に希土類系磁石原料を充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含する永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法

【請求項5】 該水素処理を実行する工程は、該希土類系磁石原料に対して加熱しつつ水素を吸蔵させる工程と、該希土類系磁石原料に対して加熱しつつ水素を放出させる工程とを包含する請求項1～3の何れか一つに記載の永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は希土類系磁石原料に水素を吸蔵させた後、磁石原料から水素を放出させて希土類系磁石粉末を得る希土類系磁石粉末の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、永久磁石として、磁気特性が優れている希土類系元素を含む希土類系磁石粉末の使用が盛

んとなっている。希土類系磁石粉末を製造する技術として、希土類系磁石原料を高温域例えば750～950℃に加熱しつつ磁石原料に水素を吸蔵させ、その後、磁石原料から水素を強制的に放出させる水素処理を行い、これにより磁気特性が良好な希土類系磁石粉末を得るものが知られている。この磁石原料は、水素の吸蔵に伴い発熱し水素の放出に伴い吸熱するため、水素処理において磁石原料の温度の均一化を図るのは容易ではない。従って製造された希土類系磁石粉末の磁気特性のバラツキを招来する。

【0003】そこで水素の吸蔵、放出を行う水素処理の際に蓄熱材を磁石原料に接触させることにより、温度の均一化を図ることにしている。しかし全ての磁石原料を蓄熱材に接触させることは困難であり、蓄熱材に接触していない磁石原料では温度の均一化が充分ではない。従って水素処理における磁石原料の温度のバラツキ、磁気特性のバラツキを招来する。更に磁石原料に蓄熱材が混入することがあり、この意味でも磁気特性のバラツキを招来する。

【0004】また特開平5-163510号公報には、磁石原料を高温域に加熱する際において磁石原料の温度の均一化を図るため、放射熱で磁石原料を加熱する真空加熱炉を用いて水素処理を行う技術が開示されている。しかしこのものでも磁石原料の量が増すと、水素処理の際における磁石原料の温度の均一化には充分ではなく、水素処理温度のバラツキに起因する磁気特性のバラツキを招来する。

【0005】また特開平5-171203号公報、特開平5-171204号公報には、希土類系磁石を高温域で水素処理する際において水素ガスの供給源として水素吸蔵合金を採用した技術が開示されている。このものでは、水素処理を行う水素ガスの高純度化を図れるので、水素ガスに含まれている不純物により磁石原料が汚染されることを回避でき、不純物汚染による磁気特性のバラツキを回避できる。しかしこの公報の技術においても水素処理の際における磁石原料の温度の均一化には充分ではなく、水素処理温度のバラツキに起因する磁気特性の低下を招来する。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記した実情に鑑みなされたものであり、その目的は、磁石原料を高温域において保持しつつ水素を吸蔵させた後、放出させる水素処理において、磁石原料の温度の均一化、安定化を図り得、希土類系磁石粉末における磁気特性のバラツキ回避に有利であり、これにより希土類系磁石粉末の量産化、工業化に適する希土類系磁石粉末の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 請求項1の永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法は、希土類系磁石原料に対し

て水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割してお互いに離間している複数の反応管内に充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含することを特徴とするものである。請求項2の永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法は、希土類系磁石粉末に対して水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割して1個の反応管あたり0.5～5kgとし、該希土類系磁石原料を、お互いに離間している複数の反応管内に充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含することを特徴とするものである。請求項3の永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法は、希土類系磁石粉末に対して水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割して1個の反応管あたり0.5～5kgとし、対向間隔を所定距離になるように配列された複数の反応管の側面部と、該複数の側面部の一端を相互に連結する底面部とを備えた該反応管内に希土類系磁石原料を充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含することを特徴とするものである。請求項4の永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法は、希土類系磁石粉末に対して水素処理を行う希土類系磁石粉末の製造方法であって、希土類系磁石原料を分割して1個の反応管あたり0.5～5kgとし、対向間隔を所定距離になるように配列された複数の反応管の側面部と、該複数の側面部の一端を相互に連結する底面部と、排気装置に連結時に閉じられる該底面部に対向する該反応管の開口部とを備えた該反応管内に希土類系磁石原料を充填する工程と、該反応管内の該希土類系磁石原料に対して該水素処理を実行する工程と、を包含することを特徴とするものである。請求項5の永久磁石用希土類系磁石粉末の製造方法は、該水素処理を実行する工程は、該希土類系磁石原料に対して加熱しつつ水素を吸蔵させる工程と、該希土類系磁石原料に対して加熱しつつ水素を放出させる工程とを包含することを特徴とするものである。本発明の希土類系磁石粉末の製造装置は、希土類系磁石原料を保持する原料保持部と、原料保持部に保持した磁石原料を加熱する加熱室を備えた加熱装置と、加熱室に水素ガスを供給する水素ガス供給装置と、加熱室内を減圧する排気装置と、加熱装置、水素ガス供給装置及び排気装置の少なくとも一方を制御する制御装置とで構成され、加熱室で磁石原料を加熱しつつ磁石原料に水素を吸蔵させた後、磁石原料から水素を放出させる水素処理を行う希土類系磁石粉末を得る製造装置において、原料保持部は、磁石原料を分割して互いに離間して保持する複数の反応管で構成されていることを特徴とするものである。

【0008】さらに、本発明の希土類系磁石粉末の製造装置では、各反応管は、周方向において所定間隔でリング状に配置されており、その内周側には内側発熱体が、

その外周側には外側発熱体が装備されていることを特徴とするものである。また、本発明の希土類系磁石粉末の製造装置では、各反応管を回転させる回転手段が装備されていることを特徴とするものである。

【0009】本発明の希土類系磁石粉末の製造装置では、制御装置は、各反応管の水素吸蔵及び水素放出、加熱及び冷却を同期させて行うことを特徴とするものである。加熱装置、水素ガス供給装置、排気装置は従来と同様なものを採用できる。原料保持部は、磁石原料を分割して互いに離間して保持する複数の反応管で構成されている。反応管は一般的には試験管状の多数個の管体や多数個の容器を採用できる。反応管の数は適宜選択できるが、例えば3個、4個、5個それ以上に行ける。数10個、数100個でも良い。反応管は熱伝導性が良く且つ熱容量の小さい材料、好ましくはステンレス鋼などの金属で形成することが好ましい。磁石原料の均熱化に有利だからである。

【0010】制御装置は、各反応管の水素吸蔵及び水素放出、加熱及び冷却を同期させて行うことが好ましい。制御装置は、アナログ制御方式で構成しても良いし、マイクロコンピュータを利用してソフト的に構成しても良い。希土類系磁石原料は、水素を吸蔵した後に水素を放出する水素処理により磁気特性が向上するものであればよい。一般的にはR-T-ボロン系、R-T-M系を採用できる。Rは希土類元素の意味であり、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Luを採用できる。Nd及びPrのうち1種または2種がRのうち50at%含むことができる。Tは鉄族元素の意味であり、Fe、Co、Niの少なくとも1種を採用できるが、FeをTのうち50at%含むことができる。Mは正方晶ThMn₁₂型化合物を生成するための元素であり、Ti、V、Cr、Moを採用できる。

【0011】具体的にはNd-Co-Ga-B-Fe系、Nd-Fe-Ti系、Nd-Fe-Ti-C系、Nd-Fe-V-C系等を採用できる。

【0012】

【作用】加熱室において反応管内の磁石原料を加熱しつつ反応管内の磁石原料に水素を吸蔵させる。その後、磁石原料から水素を強制的に放出させ、これにより希土類系磁石粉末が得られる。水素の吸蔵、放出により希土類系磁石粉末の磁気特性が向上する。

【0013】水素の吸蔵に伴い磁石原料は発熱し、水素の放出に伴い磁石原料は吸熱するため、上記した水素処理において磁石原料の温度が均一化しにくいおそれがある。この点本願発明では、水素処理を行う磁石原料を分割して複数の反応管に保持するので、分割された磁石原料は互いに離間している。そのため隣接する磁石原料間において、互いに発熱や吸熱は影響しにくい。

【0014】本発明では、各反応管は、周方向において

所定間隔でリング状に配置されており、その内周側には内側発熱体が、その外周側には外側発熱体が装備されているので、各反応管は内側と外側の双方から加熱され、磁石原料は均一加熱され易い。また本発明では、各反応管を回転させる回転手段が装備されているので、加熱の際に回転させれば、磁石原料の温度は均一化し易い。

【0015】また本発明では、制御装置が各反応管の水素吸蔵及び水素放出、加熱及び冷却を同期させて行うので、各反応管における水素処理が同期する。

【0016】

【実施例】以下、本発明の第1実施例を説明する。この例の原理図を図1に示す。図1に示す様に原料保持部1は、磁石原料2を分割して互いに離間して保持する複数個の反応管10で構成されている。分岐装置3は、各反応管10に装入された多数個の分岐管30と、各分岐管30を結合する集中管31とで構成されている。この例では、反応管10における水素処理の同期性を確保すべく、各反応管10の材質、径、長さ、容積等は均等にされており、更に、各分岐管30の流路径、流路長さも等しくされている。

【0017】更に加熱装置4は発熱体を装備した加熱室40を備えている。加熱室40の温度は温度制御装置45で制御される。水素ガス送給装置5は、水素ポンプ50と、切り替えバルブ51と、水素ポンプ50から切り替えバルブ51に至る送給管52と、水素ガスの不純物を除去する精製器53と、アキュムレータ54とを備えている。切り替えバルブ51には分岐装置3の集中管31が接続されている。排気装置6は加熱装置4の反応管10内を減圧するものであり、真空ポンプ60と、切り替えバルブ51につながる排気管61とで構成されている。

【0018】上記した温度制御装置45の作動、切り替えバルブ51の切り替え、真空ポンプ60の作動は、図略の制御装置により信号線を介して制御される。従ってこの制御装置は、各反応管10の水素吸蔵及び水素放出、加熱及び冷却を同期させて行う。さて使用の際には所要量の磁石原料2を各反応管10に均等に保持する。1個の反応管10あたりの磁石原料2の保持量は適宜選択できるが、一般的には0.5～5kg程度にできる。磁石原料2はNd-Co-Ga-B-Fe系であり、その組成は具体的にはat%でNdが12.3%、Coが20.0%、Bが6.0%、Gaが1.7%、不可避の不純物、残部実質的にFeである。磁石原料2は基本的には約30mm角形状である。

【0019】磁石原料2を均等に保持した状態の各反応管10を加熱装置4の加熱室40に装入する。この状態で切り替えバルブ51を操作して送給管52と集中管31とを連通させると共に、排気管61と集中管31とを非連通とする。これにより水素ガス送給装置5により水素ガスを各反応管10に送給する。このとき各反応管1

0には水素ガスが均等に送給されることになる。同時に加熱装置4により反応管10内の磁石原料2を加熱する。磁石原料2の温度は磁石原料2に装入した熱電対41により測温する(図2参照)。

【0020】上記の様に加熱しつつ磁石原料2に水素を吸蔵させる。この様な水素吸蔵工程において、水素を吸蔵させる際の磁石原料2の温度は約800°C、吸蔵時間は約3時間である。また水素の圧力は1.2～1.5atmに設定されている。このとき各反応管10における水素吸蔵処理は均等に行われる様になる。上記の様に水素吸蔵工程を終了したら、切り替えバルブ51を操作して送給管52と集中管31とを非連通するとともに、集中管31と排気管61とを連通させ、その状態で真空ポンプ60を作動して反応管10内を減圧して真空(例えば $10^{-5} \sim 10^{-6}$ Torr)とし、磁石原料2に吸蔵されている水素を強制的に放出する水素放出工程を行う。水素放出工程における温度は775～850°Cとし、時間は約30分間とする。各反応管10における水素放出処理は均等に行われる。

【0021】その後、磁石原料2を急冷する急冷工程を行う。急冷工程はアルゴンガス等の冷却ガスや冷却水と磁石原料2とを接触させたりして行う。冷却ガスや冷却水と反応管10とを接触させて冷却させても良い。急冷工程も各反応管10において均等に行われる。この様に水素吸蔵工程、水素放出工程、急冷工程を経た磁石原料2は粉粒状となる。この様な水素の吸蔵工程、放出工程を経た磁石原料2は、磁気特性(最大磁気エネルギー積、残留磁束密度、保磁力など)が向上する。

【0022】ところで加熱装置4における加熱を温度制御装置45で制御し、反応管10内の磁石原料2の温度ができるだけ均一する様にしているものの、水素の吸蔵に伴い磁石原料2は発熱し、水素の放出に伴い磁石原料2は吸熱するため、磁石原料2の温度の均一化は容易ではなく、温度バラツキおそれがある。この場合従来技術と同様に希土類系磁石粉末の磁気特性のバラツキを招来する。この点本実施例では前述した様に、水素処理を行う磁石原料2を複数個の反応管10に分割して保持するので、分割された磁石原料2は互いに離間しており、そのため磁石原料2の発熱や吸熱は隣接する磁石原料2に影響しにくくなる。よって局部的な発熱や吸熱を抑制でき、磁石原料2の温度の均一化、安定化に有利である。

【0023】即ち、本実施例では水素吸蔵工程において磁石原料2が発熱しても磁石原料2の温度の均一化、安定化を図り得る。水素放出工程において磁石原料2が吸熱しても磁石原料2の温度の均一化、安定化を図り得る。従って希土類系磁石粉末の水素処理における温度の均一化、安定化を図り得、希土類系磁石粉末の磁気特性の局部的なバラツキを回避でき、希土類系磁石粉末の品質の安定化に貢献できる。

10

20

30

40

50

【0024】特に本実施例では、制御装置が水素ガスの送給、排出、更には加熱及び冷却を各反応管10において同期させて行うので、各反応管10における水素吸蔵工程及び水素放出工程が同期して実行される。即ち、多数個の反応管10における水素処理が同期し、希土類系磁石粉末を製造する生産性が向上し、量産化に適する。

【0025】更に本実施例では従来技術とは異なり、蓄熱材を用いないため、蓄熱材の混入も回避できることは勿論である。加えて水素吸蔵工程において水素の圧力を1.2~1.5atmに設定する本実施例では、後述する試験例に示す様に希土類系磁石粉末の磁気特性の向上に一層有利である。

【0026】(他の例)図3は第2実施例を模式的に示したものである。この例は基本的には前記した第1実施例と同様な構成である。但し加熱室40は各反応管10に対応する様な個別方式とされており、加熱装置4に多数個並設されている。この例においても前記した第1実施例と基本的には同様に、磁石原料2の水素処理における温度の均一化、安定化を図り得、希土類系磁石粉末の磁気特性の局所的なバラツキを回避できる。

【0027】図4は第3実施例を模式的に示したものである。この例は基本的には前記した第1実施例と同様な構成である。但し各反応管10は互いに並列に配置されており、更に各反応管10に対応する個別の加熱装置4が装備されている。この例では、反応管10は加熱装置4の加熱室40にそれぞれ個別に装入される。各加熱装置4は温度制御装置45により制御される。この例においても前記した第1実施例と基本的には同様な作用効果が得られ、希土類系磁石粉末の水素処理における温度の均一化、安定化を図り得、磁石原料2の磁気特性の局所的なバラツキを回避できる。

【0028】(適用例)本発明装置の適用例を図5に示す。図5に示す様に外殻7は、急冷室70を構成する上外殻71と、加熱室40を構成する下外殻72とを備えている。下外殻72の底部には走行車輪77が装備されており、下外殻72は図5の紙面の手前側及び向こう側にレール77iにそって走行し得る様にされている。急冷室70にはモータ76fを備えた急冷ファン76が取付けられ、加熱室40には、軸線P1に対して同軸的な内筒発熱体46及び外筒発熱体47が取付けられ、更に給電用の電極48が装備されている。エア式のシリンダ80が作動すると、断熱性材料で形成された仕切り板81が矢印F1、F2方向に移動して急冷室70と加熱室40との仕切り及び仕切り解除が実行される。

【0029】水素ガス送給装置5はアキュムレータ54を備えている。排気装置6は排気管6b、ロータリ真空ポンプ6c、ターボ分子真空ポンプ6d、図略のブースター真空ポンプを備えている。排気管6bの先端には矢印Y1、Y2方向に昇降可能かつ矢印E1方向に回転可能な回転管6tが装備されている。回転管6tは回転

手段として機能する。

【0030】回転管6tの下端部にはホルダ90が装備されている。ここで、磁石原料2をセットする際には、磁石原料2を保持した籠籠状の多数個の小容器91をホルダ90の係合部に係止して吊持する。更に下壳体72をレール77iにそって走行させて上壳体71の下面開口を開放させた状態で、反応管10の上部をホルダ90に保持し、これにより反応管10をホルダ90に取付ける。反応管10はステンレス鋼製または耐熱合金(例えばインコネル)製であり、有底状で上面開口をなす。この様に反応管10をホルダ90に取付けた状態では、各反応管10はホルダ90の軸芯P2の回りの周方向においてリング状に配置されている。

【0031】水素吸蔵工程を行う場合には図略の駆動シリンダを駆動させて回転管6tをターボ分子真空ポンプ6d等と共に矢印Y2方向に下降させて反応管10を加熱室40に配置する。この状態では、リング状に配置された各反応管10の内周側には内筒発熱体46が配置され、各反応管10の外周側には外筒発熱体47が配置されている。更に排気装置6を作動させて急冷室70及び加熱室40内を減圧する。このとき急冷室70及び加熱室40内は 10^{-8} Torr程度の真空度とされる。この状態で回転管6tを所定速度で回転させ、かつ、回転管6tから水素を反応管10内に送給すると共に、内筒発熱体46及び外筒発熱体47を発熱させ、これにより前述した様に水素吸蔵工程を行う。

【0032】水素吸蔵工程を終えたら、その後水素放出工程を行う。このとき急冷室70及び加熱室40内は 10^{-8} Torr程度の真空度とされると共に、回転管6tからの排気により、反応管10内も 10^{-8} Torr程度の高い真空度とされる。従って水素放出工程では加熱室40及び急冷室70が真空である他に、反応管10内が高真空に維持されるため、加熱の際における対流による熱伝導を一層確実に回避でき、反応管10内における磁石原料2の温度の均一化、安定化に有利である。

【0033】ところで伝熱形態では対流は上部が高温、下部が低温となる傾向にあり温度ムラを生じやすい。この点この例では加熱室40及び急冷室70は真空のため、対流による熱伝導を実質的に回避でき、熱輻射を主として利用できる。従って水素吸蔵工程、水素放出工程における加熱の際に、反応管10内における磁石原料2の温度の均一化、安定化に有利である。

【0034】更にこの例では内筒発熱体46及び外筒発熱体47が同軸的に配置されているので、リング状に配置された各反応管10の内周側及び外周側の双方から反応管10内の磁石原料2は加熱され、磁石原料2の均一加熱性を向上させ得、磁気特性のバラツキ回避に一層有利である。しかもこの例では水素吸蔵工程、水素放出工程において加熱する際には回転管6tが回転するので、この意味でも磁石原料2の温度の均一化に一層有利であ

る。

【0035】上記の様に水素吸蔵工程及び水素放出工程を行ったら、回転管6tを矢印Y1方向に上昇させて各反応管10を急冷室70に配置すると共に、シリンダ80を作動させて仕切り板81を矢印F1方向に移動させて加熱室40と急冷室70とを仕切り、加熱室40の熱が急冷室70に極力移行しない様にする。その状態でアルゴンガスを急冷室70に送給しつつ急冷ファン76で攪拌する。これにより磁石原料2の急冷が良好に行なわれ、磁石原料2の磁気特性の向上に有利である。また必要によっては反応管10内にも冷却ガスとしてのアルゴンガスを直接導入して磁石原料2の急冷を促進させても良い。

【0036】(試験例)上記した実施例及び適用例では水素吸蔵工程においても水素放出工程においても磁石原料2の温度の均一化、安定化を図り得るので、希土類系磁石粉末の磁気特性のパラツキを回避できる効果が得られる。このことを確認するために、水素処理における代表的な工程である水素放出工程における処理温度T℃

(図6参照)を種々に変化させた場合において、希土類系磁石粉末の磁気特性を調べる試験を行った。

【0037】この試験では上記した第1実施例で製造した希土類系磁石粉末を用い、この希土類系磁石粉末を更に機械的に粉碎し、74~105 μ mの粒径のものを選択し、この希土類系磁石粉末の磁気特性と水素放出工程における処理温度との関係を調べた。試験結果を図7~図12に示す。図7の特性線A1は最大磁気エネルギー積BHmaxと水素放出工程における処理温度との関係を示す。特性線A1に示す様に処理温度が775~850℃、特に800~825℃のとき最大磁気エネルギー積BHmaxは最大となり、処理温度が800~825℃から降温しても昇温しても最大磁気エネルギー積BHmaxは低下することがわかる。

【0038】図8の特性線B1は残留磁束密度Brと水素放出工程における処理温度との関係を示す。特性線B1に示す様に処理温度が800~840℃とき残留磁束密度Brは高くなり、処理温度が800よりも降温すると残留磁束密度Brは低下する傾向にあることがわかる。図9の特性線C1は保磁力iHcと水素放出工程における処理温度との関係を示す。特性線C1に示す様に処理温度が800℃とき保磁力iHcは最大となり、処理温度が800℃よりも降温しても昇温しても保磁力iHcは低下する傾向にあることがわかる。

【0039】上記した図7~図9に示す試験結果から理解できる様に、水素放出工程における処理温度のパラツキは、希土類系磁石粉末の磁気特性に大きな影響を与えるものであり、この意味で、上記した本実施例では磁石原料2の温度の均一化、安定化を図り得るので、希土類系磁石粉末の磁気特性のパラツキを回避できるものである。

【0040】

【発明の効果】請求項1~4の製造方法によれば、水素の吸蔵に伴い磁石原料は発熱し、水素の放出に伴い磁石原料は吸熱するため、上記した水素処理において磁石原料の温度が均一化しにくいという問題点を、水素処理を行う希土類系磁石原料を分割し、さらには、1個の反応管あたり0.5~5kgとし、その分割した希土類系磁石原料を複数の反応管に保持するので、隣接する磁石原料間において、互いに発熱や吸熱は影響しにくくなるため、局所的な発熱や吸熱を抑制でき、希土類系磁石原料の温度の均一化、安定化を図り得る。従って、製造された希土類系磁石粉末の磁気特性のパラツキを回避でき、希土類系磁石粉末の品質の安定化に貢献できる。よって希土類系磁石粉末の量産化、工業化に適する。

【0041】本発明の装置によれば、磁石原料を高温度域において水素を吸蔵、放出させ水素処理において、磁石原料の温度の安定化を図り得る。従って、製造された希土類系磁石粉末の磁気特性のパラツキを回避でき、希土類系磁石粉末の品質の安定化に貢献できる。よって希土類系磁石粉末の量産化、工業化に適する。また、本発明の装置によれば、水素処理における磁石原料の温度の安定化を一層図り得、希土類系磁石粉末の磁気特性のパラツキ回避、希土類系磁石粉末の品質の安定化に一層貢献できる。さらに本発明の装置によれば、制御装置が各反応管の水素吸蔵及び水素放出、加熱及び冷却を同期させて行うので、各反応管における水素処理が同期し、生産性が向上するので、希土類系磁石粉末の量産化、工業化に一層適する。

【図面の簡単な説明】

【図1】第1実施例の装置の概念を示す模式図である。

【図2】反応管内の磁石原料に熱電対を装入している状態を示す模式図である。

【図3】第2実施例の装置の概念を示す模式図である。

【図4】第3実施例の装置の概念を示す模式図である。

【図5】適用例を示す断面図である。

【図6】水素処理工程における温度形態を示すグラフである。

【図7】最大磁気エネルギー積と水素放出工程における処理温度との関係を示すグラフである。

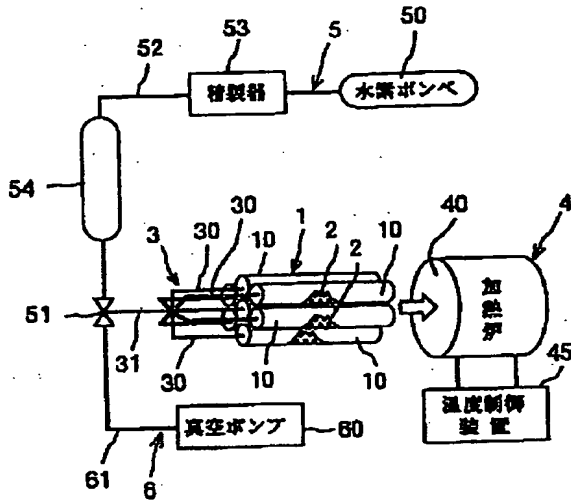
【図8】残留磁束密度と水素放出工程における処理温度との関係を示すグラフである。

【図9】保磁力と水素放出工程における処理温度との関係を示すグラフである。

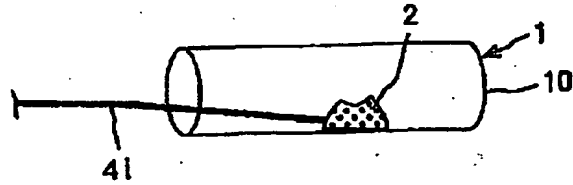
【符号の説明】

図中、1は原料保持部、10は反応管、2は磁石原料、4は加熱装置、40は加熱室、45は温度制御装置、46は内筒発熱体(内側発熱体)、47は外筒発熱体(外側発熱体)、5は水素ガス送給装置、6は排気装置、6tは回転管(回転手段)、80は真空ポンプを示す。

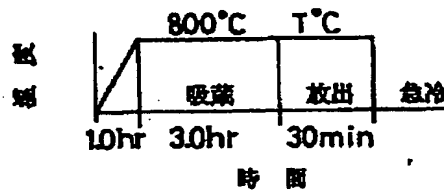
【図1】



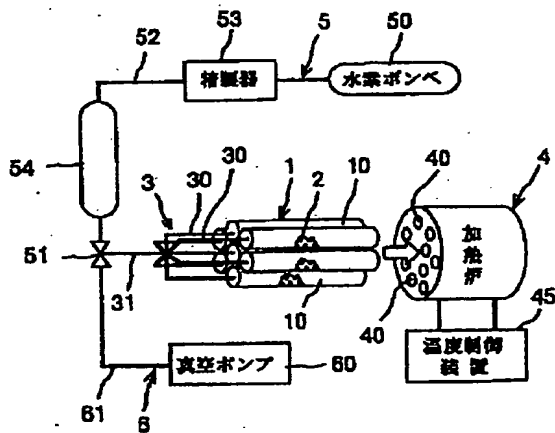
【図2】



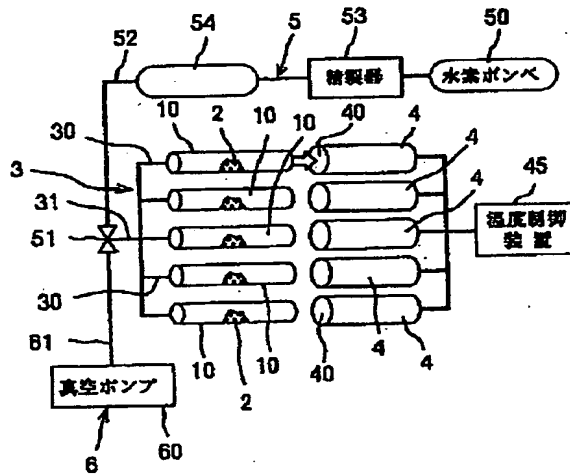
【図6】



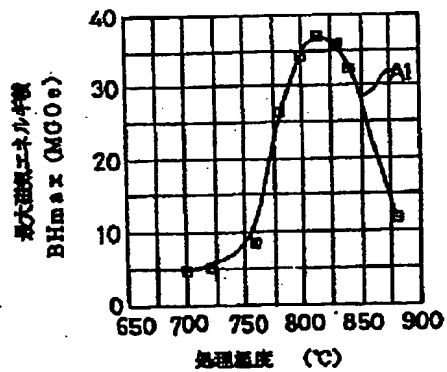
【図3】



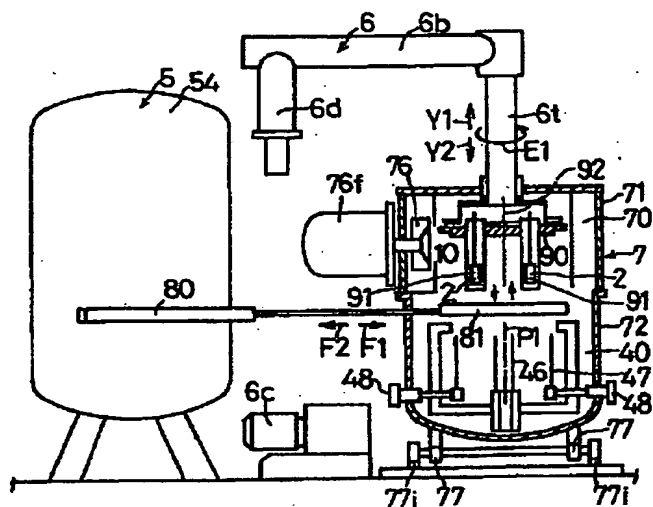
【図4】



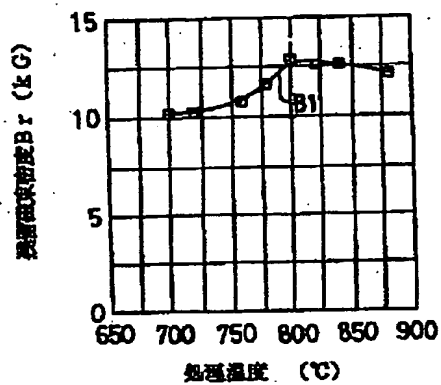
【図7】



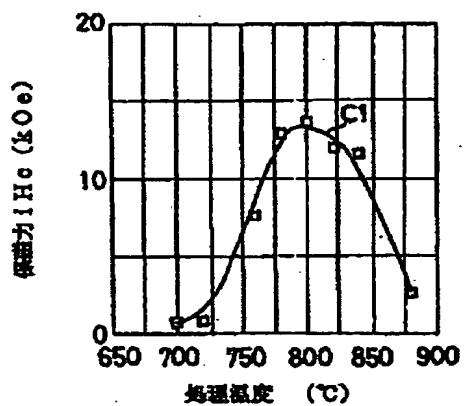
【図5】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

F ターム(参考) 4K017 AA01 BA03 BA06 BB09 BB12
 BB13 DA04 EA03 EA09 FA29
 5E040 AA04 CA01 HB17
 5E062 CC05 CD04 CG03

ES: FIVE COPY